X射线荧光光谱法测定氧化铝中杂质含量

杨树贤
内蒙古锦联铝材有限公司　内蒙古　029200

摘　要：当前铝用量比较大，为了满足实际的生产需求，用X射线的荧光光谱法来测定铝的杂质，是当前比较有效的方法，这种方法可以通过内部方式控制质量，运用比对和测量方法来控制外部质量。通过分析相关数据，发现检测结果具有很高的准确性和可靠性，同时也验证了质量控制的有效。所以该方法具有一定的参考意义。

关键词：X射线；荧光光谱法；氧化铝测定；杂质含量；质量控制；方法

Abstract: In order to better meet the needs of production, the use of X-ray fluorescence spectrometry in the laboratory, the determination of impurities in alumina, is the current more effective method, this method can control the quality through the internal way, the use of comparison and measurement methods to control the external quality. Through the analysis of relevant data, it is found that the detection results have high accuracy and reliability, and the effectiveness of the quality control method is also proved. So this method has certain reference significance.

Keywords: X-ray; Fluorescence spectrometry; Alumina determination; Impurity content; Quality control; methods

氧化铝是重要的材料，在实际使用过程中，对于其杂质的含量问题，应当有一定判定标准，这也是进行结算的依据。其中的杂质含量，对电解质有较大影响，重要是影响电解和调控，因此测定杂质含量情况，是一项比较重要的工作，使用X射线荧光光谱法，简称XRF具有比较明显的优势，而且分析速度非常快，而且稳定性也相对较高，可以一次性地分析全部杂质情况，是目前效果最好的检测方法，所以被广泛地应用到实际测定中。但是使用XRF进行检测，其结果的准确性情况，跟日常的质量有很大关系，要想做好质量控制，比较复杂也非常关键。因此，需要总结具体的分析原理，将这个原理做为基础，并且结合具体的工作经验，能够很大程度地控制质量，这也是必须要达到的。依据当前氧化铝的具体产品标准来进行检测，如何用X射线荧光光谱仪来进行测定杂质情况，是相关研究人员比较重视的问题，所以应当关注质量控制，并且对相关方法进行详细研究，为了保证XRF分析法测定的准确性，对检验前、检验过程和检验后情况进行了严格控制，同时也要充分地结合实际情况，制定严格的监控制度，根据具体计划对整个过程和具体结果进行监控。

1　质量控制方法分析

在实际的工作当中，要想更好地分析治理控制方法，就要先制定相应的计划，然后再按照计划实施。进行质量控制，一般都是在实验室里进行，通常情况下每天要检验氧化铝样品6-7个，如果使用化学式湿法进行检验，不能满足具体的生产要求，就需要交对相关情况进行全面地思考。在日常工作当中，在实验室里可以施工XRF设备进行分析，这种分析方法可以确保在具体检测中，其中各种杂质含量是准确的。同时也要考虑检验前，还有检验过程，以及检验之后的具体情况，并且结合实际的具体情况，制定相关的质量监督计划，根据具体计划来进行相关活动，并且对检测结果实行有效监督，进而确保检验的有效性。进行质量控制是方法很多，而且形式也比较多样，但是切合实际可操作性强的监控方法，是最有效的质量控制方法，这也是选择质量控制方法的基本原则，通过实验室进行内部质量控制，并且与外部质量控制结合，具有很好的测定效果，而XRF测定方法，可以充分地分析氧化铝中的杂质，并进行相关的质量监控，具体法方法有以下几种。

1.1 内部的质量控制方法介绍

第一，对仪器状态实行全面地控制。使用仪器进行分析，应当确保使用的仪器和设备是正常的，因为在实际检测中仪器和设备状态具有重要影响，会直接地影响到具体检测结果。这些仪器在具体工作时，对环境和条件有一定的要求条件，为了确保仪器就可以正常地运行，实验室要配备空调，还有除湿机等相关设备，同时还要有温湿度计来实验室环境进行监控，实验室温度一般17~29℃间，湿度在20%~80%内，分析室内的温度变化，不可以超过2℃ /h。分析室的内部应当要洁净，同时还要制定具体的管理措施和细则，全面地加强内部管理。对于试验使用的仪器，应当每天都进行例行检查，还应当每天室内的检查温度和湿度情况，并且要关注P10气

体的余量情况，如果余量小了1MPa时，应及时地换气瓶，每天做好具体的点检和记录。每3个月要检查冷却水的水位情况，以及电导率还有水流量情况，及时地加冷却水。每半年应当清洗热交换器的进风口，同时也要检查真空泵的油位情况和油质状态，根据情况做及时处理。做好例行检查，能够确保仪器的状态。仪器的日常保养，应当注意光管问题，检测样品前先验光管情况。之后使用光谱仪进行对光，如果维修和更换光路时要对光，对光后还应当进行校正。在日常检修中还应当定期更换流气正比计数器的窗膜，因为窗膜经受了压力，如果分析量比较大时，就会影响窗膜的使用时间，但是更换窗膜会改变光路，为了确保检测的准确性应当进行对光。在更换气体时，要在没有无样品的情况下进行，更换了新气瓶后，要检查是否有漏气现象，二级减压阀应当是0.05MPa，更换后要进行校正。当上述过程后完成以后，进行清理工作，每天都要打扫样品台，每隔半个月要对整个实验室进行全面清扫。当对仪器进行安装和调试以后，就可以对STG样品进行检测了，如果检查测试的结果出现了差异，这是仪器维修后出现偏差，需对样品进行检查。对仪器设备进行保养是运行的关键，应当严格按照要求执行，确保设备不出现大的故障。仪器应当定期检查，对检测结果要求较高的实验室，每年都要按照国家计量检定规程进行仪器检测，这是确保仪器状态的最有效方式，也可以确保设备的稳定性。

第二，样品制备情况介绍。实际使用的制样方法，主要有以下两种，一种是熔融，另一种是粉末压片。其中的粉末压片方式，相对比较简便，而且制样比较快速，成本相对较低，在日常检测中，主要就是使用这种方法。运用混合和研磨的方式，称取10.000g氧化铝样品，放入碳化钨磨盘中，加入8滴三乙醇胺，经过了研磨60s后，使粒度处于45μm以下，就能够完全地消除颗粒了。之后进行压片，将适量的试样倒入模具，均匀地将这些试样覆盖在上面以来硼酸镶边，使用压片机将其压到30t，保持30s之后，取出样片进行修边，吹去上面的粉样后进行测量。在制样时，具体情况也要符合要求。要确保样片光滑，修边没有粉末，不能有硼酸，也不能存在裂纹，这样的情况不能进行检测。样品的制备要使用专用工的器具，要确保工具是清洁干净的，不能有污染情况。

第三，漂移校正。现代的光谱仪稳定性较好，但也会出现一些漂移现象。为了避免这种情况的发展，要检查谱线情况，观察具体的漂移和校正样强度，如果变化小说明是正常的，仪器是较稳定状态。

第四，标准样品的检测。在具体检测过程中，如果成分和含量是已知的，可以作为检测依据。第五，进行方法比对。使用化学湿法，是最为经典的分析法，步骤虽然比较繁琐，但是结果和差值比较小，都是在允许的差值范围内。每次用湿法分析法试验氧化铝标准时，结果一般都比较满意，这也验证了化学湿法和XRF法结果是比较正确的。

1.2 进行人员比对

在实验室中进行氧化铝杂质分析，一般需要2名检测人员，要想检测人员有成熟的经验，才能更好地完成化学分析和检测。为了降低人为因素影响，不同的操作人员，要注意结果的差异性，如果在实际工作中不同人员，使用了相同的仪器设备，使用了相同的检测方法，对同一样品进行测定，结果也会有差异。这是因为检测过程比较繁琐，操作过程也比较复杂，为了突显检测的准确性，使用仲裁分析法是当前的首选。即使是测定氧化铝的杂质含量，这种方法也比较适用。在实验室中采用化学湿法，还有XRF法进行测定，准确率相对较高，但是每月要进行一次比对，这样主要是为了验证方法的正确性。如果两名检测员的结果，偏差都在允许的范围内，或者是小于运行的范围，说明结果比较满意，同时证明了实验人员的能力，仪器设备和检测的结果，比较可靠性，准确率比较高。运用这种比对方式，应当充分地考虑认为因素的影响，因为在一般情况下，人的因素的非常难以控制的，所以在检测过程中，要充分地考虑工作人员能力产生的影响，虽然已经介绍了具体的对比方法，但是在具体操作过程中，对于人为因素的影响问题，要采取谨慎态度对待，这样才能有效地提高检测的准确性，有效地确保结果的可靠。

1.3 留样再测情况分析

实验室检测过程中，应当进行留样用于再测，就是在检测后的一段内，由相同的检测人员进行测试的过程，但是要自爱相同的环境下，使用相同的设备和方法，在同等条件下进行重复的试验。然后根据样品的具体检测数量，以及实际的频率情况，每月抽取留样再测监控，这样可以充分地评价实验室的具体检测能力，如果再侧值偏差小，或者是在允许的范围内，这就说明了检测环境和相关条件，符合实验的具体要求。

2 外部质量的控制方法分析

关于外部的质量控制，主要是为了评价实验室水平，同时也加强与其他实验室的沟通，在这个过程中可以充分了解到实验室的问题，以及与其他实验室之间的差距。

2.1 实验室之间的比对分析

为了确定测试能力，就要识别实验室之间的差异，

通过比对可以知道试验结果的偏差情况，如果比对结果比较满意。应当检测实际的能力，确保了结果的可靠和准确。在具体操作过程中，通过实验室和实验室之间的对比，可以确保具体检测结果更加可靠，同时大幅度地提高了检测的准确性。

2.2 测量审核的情况分析

实验室的临界值样品，可能出现的一些争议，使用化学湿法进行复查和验证，可以有效地确保结果的准确性。而对氧化铝进行检测时，需要进一步进行测验，同时还对检测单位资质有一定要求，需要通过测量和审核，才能证明具体的检测能力，这种方式也是当前最好的方法。如果有关机构的检测结果与实验室比较接近，这就在一定程度上说明了实验室的检测能力，同时也充分地证明了实验室化学分析是正确的，也可以用于检验结果情况。通过具体的审核，进一步地确保了结果的准确，同时也促进了具体过程更加地科学合理。

3 总结分析

使用XRF法来检测氧化铝中的杂质含，应当采用有效的质量控制方法，并对具体的质量控制方法严格监督，通过相关结构的比对，来确定质量监控的有效性。根据相关的质量监控经验，以及对具体情况的总结，可以总结出以下几个控制要点。

3.1 要制定计划

在进行质量控制过中，应当制定切实可行的控制计划，并严格地执行该计划，每项具体措施，都要具体地落实到个人头上。

3.2 做好校正和保养

使用XRF法进行检测，状态控制很关键，全面地作用XRF维护和保养工作，并进行漂移校正，这是确保仪器稳定的关键。

3.3 重视样品制备

在具体检测过程中，应当注重样品制备，可以选择简便、快速、成本低方法，但是要严格地按要求进行制备，在制作校准曲线时，也应当保持一致，同时避免样品出现污染情况。

3.4 进行全方位比对

在对标准样品进行检测时，要主要方法是进行人员比对，同时还应当对留样进行再侧，这是内部控制的主要方法，通过这些方式可以优化控制措施。同时要进行实验室之间的对比，进而提高外部质量控制水平，这样可以充分地了解自身差距，增强实验室间的沟通和交流。

3.5 积极评价

当实验结束以后，要及时地做好数据的统计和分析，通过结果的比对和评价，采取相应的改进措施，确保质量控制的效果。

4 结束语

随着氧化铝的广泛影响，使用X射线荧光光谱法，来测定氧化铝当中的杂质，并进行质量控制，是当前比较有效的方法，不仅提高了测定的准确性，也提高了控制水平。

参考文献：

[1] 马兵兵，程光贵，李科建，廖俊梅，徐阳，卜云磊.熔融制样-X射线荧光光谱法测定氢氧化铝和氧化铝中9种杂质元素含量[J].轻金属，2019，10：14-17.

[2] 肖丽梅.X射线荧光光谱压片法测定氧化铝中的Fe_2O_3和SiO_2的含量[J].新疆有色金属，2020，06：70-72.

[3] 张爱芬，刘帅，马慧侠，刘静.粉末压片X射线荧光光谱法测定氧化铝中杂质元素[J].冶金分析，2020，03：51-56.

[4] 张晓平.X-射线荧光光谱直接压片法测定氧化铝中杂质Ga_2O_3含量[J].轻金属，2021，03：25-26.